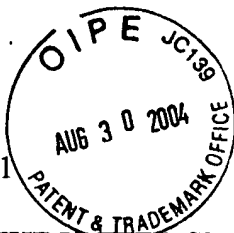


03500.016784.1



IFW

PATENT APPLICATION

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of: )  
: )  
TAIKO MOTOI ET AL. )  
: )  
Application No.: 10/826,350 )  
: )  
Filed: April 19, 2004 )  
: )  
For: INFORMATION ACQUISITION )  
: APPARATUS, CROSS SECTION )  
: EVALUATING APPARATUS, )  
: CROSS SECTION EVALUATING )  
: METHOD, AND CROSS SECTION )  
: WORKING APPARATUS ) August 27, 2004

Commissioner for Patents  
P.O. Box 1450  
Alexandria, VA 22313-1450

SUBMISSION OF PRIORITY DOCUMENT

Sir:

In support of Applicants claim for priority under 35 U.S.C. § 119, enclosed  
is a certified copy of the following foreign application:

JP 2003-389358, filed November 19, 2003.

Applicants' undersigned attorney may be reached in our Costa Mesa,  
California office by telephone at (714) 540-8700. All correspondence should continue to  
be directed to our address given below.

Respectfully submitted,

A handwritten signature in black ink, appearing to read "Michael K. O'Neill", written over a horizontal line.

Michael K. O'Neill  
Attorney for Applicants  
Registration No. 32,622

FITZPATRICK, CELLA, HARPER & SCINTO  
30 Rockefeller Plaza  
New York, New York 10112-3801  
Facsimile: (212) 218-2200

CA\_MAIN 85608v1

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日                      2 0 0 3 年 1 1 月 1 9 日  
Date of Application:

出 願 番 号                      特 願 2 0 0 3 - 3 8 9 3 5 8  
Application Number:  
[ST. 10/C]:                      [ J P 2 0 0 3 - 3 8 9 3 5 8 ]

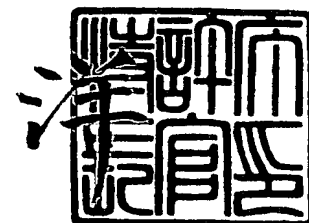
出 願 人                      キヤノン株式会社  
Applicant(s):

CERTIFIED COPY OF  
PRIORITY DOCUMENT

2 0 0 4 年    7 月 2 7 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

小 川



【書類名】 特許願  
【整理番号】 256761  
【提出日】 平成15年11月19日  
【あて先】 特許庁長官 殿  
【国際特許分類】 H01J 37/08  
H01J 37/26  
H01J 37/30  
H01J 37/31

【発明者】  
【住所又は居所】 東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内  
【氏名】 元井 泰子

【特許出願人】  
【識別番号】 000001007  
【氏名又は名称】 キヤノン株式会社  
【代表者】 御手洗 富士夫

【代理人】  
【識別番号】 100065385  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 山下 穰平  
【電話番号】 03-3431-1831

【選任した代理人】  
【識別番号】 100122921  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 志村 博  
【電話番号】 03-3431-1831

【手数料の表示】  
【予納台帳番号】 010700  
【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】  
【物件名】 特許請求の範囲 1  
【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1  
【包括委任状番号】 0213163

**【書類名】 特許請求の範囲****【請求項 1】**

試料の断面を加工するための装置であって、  
該試料を載置するための載置台と、  
該試料の温度を調整するための温度調整手段と、  
該試料に対してビームを照射して該試料の加工を行うためのビーム発生手段と、  
加工前に該載置台と該試料を搬送する前に該試料と該載置台を収納して密封するための密封手段と、  
を具備していることを特徴とする断面加工装置。

**【請求項 2】**

前記温度調整手段により、前記試料を予め設定された温度に調整した状態で、前記ビーム発生手段による試料加工、及び検出手段による情報の取得、大気保護手段付カバーを取り付け後にガス導入手段のついたカバー内にガス導入を行う請求項 1 に記載の断面加工装置。

**【請求項 3】**

前記温度調整手段は、前記試料を室温以下の温度に冷却する冷却手段を具備している請求項 1 又は 2 に記載の断面加工装置。

**【請求項 4】**

前記載置台、前記ビーム発生手段及び検出手段は、雰囲気制御可能なチャンバー内に配置され、該チャンバー内に残留するガスを捕捉するトラップ手段を更に具備している請求項 1～3 のいずれかに記載の断面加工装置。

**【請求項 5】**

前記ビームがイオンビームである請求項 1～4 のいずれかに記載の断面加工装置。

**【請求項 6】**

試料の温度を調整する第 1 の工程と、  
該試料にビームを照射して断面の切り出しを行う第 2 の工程と、  
該温度制御された試料を密封する第 3 の工程と、  
該密封された試料を他の装置へ搬送する第 4 の工程と、  
該搬送された試料を前記他の装置を用いて評価を行う第 5 の工程と、  
を有することを特徴とする断面評価方法。

**【請求項 7】**

前記密封する試料の周囲にガスを導入する工程を更に有する請求項 6 に記載の断面評価方法。

**【請求項 8】**

前記導入ガスが、不活性ガスあるいはドライ窒素の前記試料にダメージを与えないガスである請求項 7 に記載の断面評価方法。

**【書類名】明細書****【発明の名称】断面加工装置及び断面評価方法****【技術分野】****【0001】**

本発明は、試料の加工装置に関し、より詳しくは、温度変化によって状態、形態が変化する試料の断面を加工する、断面加工装置及び断面評価方法に関する。

**【背景技術】****【0002】**

生態系、プラスチックをはじめとする有機物の断面評価や微細な構造の加工は、機能性デバイスの増加とともにその需要が増えつつある。

**【0003】**

有機物構造に関する情報を求めるために用いられている主な断面作製法としては、刃物による切断法、樹脂包埋法、凍結包埋法、凍結切断法及びイオンエッチング法等が知られているが、有機物の内部構造を光学顕微鏡で観察する場合は、通常、有機物を樹脂で包埋した後、ミクロトームで切断するといった方法が採用されている。

**【0004】**

しかしながら、光学顕微鏡では断面のマクロ的な観察に限られ、また、切り出し位置を指定することができないため、指定した位置の構造を観察及び解析するためには、断面作製作業の繰り返しに非常に多くの労力を要していた。

**【0005】**

そこで、最近では特許文献1に開示されているように、所定の場所を加工できる集束イオンビーム(FIB: Focused Ion Beam)装置が、開発されている。FIB装置は、イオン源からのイオンビームを細く集束して加工試料に照射し、エッチング等により加工を行う装置である。このFIBによるエッチング技術は、かなりポピュラーなものになりつつあり、特に半導体等の構造解析、不良解析、透過電子顕微鏡試料作製等に広く利用されている。

**【特許文献1】特開平5-8247号公報**

**【発明の開示】****【発明が解決しようとする課題】****【0006】**

しかしながら、上述した従来のFIB装置を用いて、例えば有機物等のような温度によって状態や形態が変化する試料の断面構造を観察・解析する場合、FIB加工中に発生する熱によって試料の温度が変化し、それによって試料の状態や形態が変化してしまい、試料の断面構造を正確に解析することができない。

**【0007】**

本発明は、上記問題を解決し、試料の温度を調整した状態で情報を取得したい面の情報を取得することのできる情報取得を具備する断面加工装置を提供することにある。

**【0008】**

更に、本発明は、上記問題を解決し、試料の温度を調整した状態で断面を加工することのできる、断面加工装置及び断面評価方法を提供することにある。

**【0009】**

また、本発明は、上記問題を解決し、試料の温度を調整した状態で、試料の加工を行い、該加工部の情報を正確に取得することのできる加工部評価装置及び断面評価方法を提供することにある。

**【課題を解決するための手段】****【0010】**

本発明に従って、  
試料の断面を加工するための装置であって、  
該試料を載置するための載置台と、  
該試料の温度を調整するための温度調整手段と、

該試料に対してビームを照射して該試料の加工を行うためのビーム発生手段と、  
加工前に該載置台と該試料を搬送する前に該試料と該載置台を収納して密封するための  
密封手段と、  
を具備していることを特徴とする断面加工装置が提供される。

【0011】

また、本発明に従って、  
試料の温度を調整する第1の工程と、  
該試料にビームを照射して断面の切り出しを行う第2の工程と、  
該温度制御された試料を密封する第3の工程と、  
該密封された試料を他の装置へ搬送する第4の工程と、  
該搬送された試料を前記他の装置を用いて評価を行う第5の工程と、  
を有することを特徴とする断面評価方法が提供される。

【0012】

上記の通りの本発明においては、試料の温度は常に調整されるので、例えばFIB加工  
中であっても試料の温度は所望の温度に保たれる。よって、従来のような試料の状態や形  
態の変化は生じない。

【0013】

本発明における、断面とは、試料の内部のある一面から見た面のみを示すのではなく、  
試料が加工（堆積、エッチングを含む）された場合においても、その加工後にある視点か  
ら見た時に観察できる面も含む。

【発明の効果】

【0014】

以上説明したように、本発明によれば、温度変化によって状態や形態に変化を生じる試  
料を所望の温度に調整した状態で、情報を得たい面の露出、情報の取得が行われるため、  
情報を得たい面の正確な情報の取得が可能となる。

【0015】

また、本発明を断面評価装置として用いた場合、温度変化によって状態や形態に変化を  
生じる試料を所望の温度に保ったまま断面加工及び評価を行うことができるので、正確に  
試料の微細断面形態評価を行うことができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0016】

次に、本発明の実施形態について図面を参照して説明する。

【0017】

(実施形態1)

図1は、本発明の断面加工装置の第1の実施形態である、断面加工用集束イオンビーム  
装置の概略構成図である。集束イオンビーム装置は、試料1が固定されるとともに固定さ  
れた試料1の温度を設定された温度に保つ保温部2aならびに保温部2aを支える保持台  
2を備える。この保温部2aは、試料室3内に収容可能である。

【0018】

試料室3には、保温部2aに固定された試料1に対してイオンビームを照射するイオン  
ビーム発生部4及びイオンビームの照射によって試料1から発生する信号を検出する検出  
部5が設けられており、更にガス導入部6、カバー7が設けられている。試料室3内は、  
不図示のポンプによって排気され、所定の低圧力を保てるようになっており、これにより  
イオンビームの照射が可能となっている。本発明においては、試料室内の圧力を $1 \times 10^2$  Pa以下にすることが好ましい。

【0019】

イオンビーム発生部4は、試料1にイオンビームを照射して断面を切り出すために用い  
られる他、SIM観察のために用いることも可能である。SIM観察の場合には、試料1  
にイオンビームを照射したときに発生する2次電子又は2次イオンが検出器5にて検出さ  
れ、検出器5からの検出信号に基づいて映像化が行われる。

**【0020】**

ガス導入部6は、試料1周辺の雰囲気を制御するために用いられる。また、試料室3内の圧力を上昇させるために用いることもできる。不図示のシャッターによってイオンビーム発生部4と検出器5を高真空に保ったまま試料室側と真空ラインを切り離れた後、試料室3内のカバー7を保温部2aごと試料1に被せることができ、試料室3をリークする。試料1は、カバー7内にあり、試料周辺の雰囲気は、ガス導入部6から制御して行われるため、試料1の材料、温度によって、必要な条件のものを選択可能である。また、試料室3のリークは、不図示のリーク弁から行うことも可能である。

**【0021】**

検出器5からの検出信号は制御部9に供給されており、上記のSIM観察時の映像化及びSEM観察時の映像化はこの制御部9によって行われる。例えば、制御部9は、検出器5からの検出信号から映像情報（マッピング情報）を取得し、この取得した映像情報を不図示の表示装置に表示させることで映像化を行う。この他、制御部9は、イオンビーム発生部4におけるイオンビームの発生を制御したり、それらイオンビームの試料1への照射及び走査の制御を行ったりする。ビームの走査の制御は、ビーム側又は試料が固定されるステージ側、もしくはそれら両方で行うことができるが、走査速度等を考慮すると、ビーム側で制御することが望ましい。

**【0022】**

尚、イオンビーム発生部等の構成は、特開平6-342638号公報等に記載されているような構成であってもよい。

**【0023】**

（温度調整手段の構成）

本実施形態における温度調整手段は、試料に温度調整が可能な保温部を備える。保温部2aは、例えば温度コントローラ付きの試料ステージである。図2に、この温度コントローラ付き試料ステージの概略構成を示す。

**【0024】**

図2を参照すると、温度コントローラ付きの試料ステージは、試料1が固定される部分に温度可変機構12を有する試料ステージ8と、試料1の温度を直接検出する温度計11aと、温度可変機構12の一部に取り付けられ、温度可変機構12に固定される試料1の近傍の温度を検出する温度計11bと、温度計11bにて検出される温度に基づいて温度可変機構12における温度を調節し、試料1を予め設定された温度に保つ温度制御部9aとからなる。

**【0025】**

なお、図2には示されていないが、温度計11aにて検出された温度を表示する表示部を備え、取扱者はこの表示部に表示される温度から試料1の温度を確認することができる。また、温度制御部9aは、温度計11a、11bの双方で検出された温度に基づいて温度可変機構12における温度を調節するように構成することもでき、このように構成することで、より正確に試料1の温度を制御することが可能となる。また、場合によっては、温度計11bのみを用いて制御してもよい。

**【0026】**

温度可変機構12は温度計11bとともにユニット化されており、設定温度に応じて、必要な温度域の制御が可能なユニットを試料ステージ8に組み込めるようになっている。そのようなユニットとしては、例えばヒーター等の加熱機構を有する高温ユニットや、冷却機構を有する低温ユニットがある。また、必要に応じて、室温付近の低温側から高温側両方の温度可変機能を備えたユニットを用いることも可能である。

**【0027】**

試料ステージ8は、不図示の保持台2につながっており、固定された試料1を機械的に上下左右に移動、或は傾斜させることができ、これにより試料1を所望の評価位置に移動させることができる。この試料ステージ8における試料1の移動制御は、上述の制御部9により行われる。



**【0028】**

上記の冷却機構は、ペルチェ素子やヘリウム冷凍機のような冷却機構でもよい。あるいは保温部の試料が固定される部分と対向する側に冷媒を流す冷媒管を設け、液体又は気化した窒素や水等の冷媒を保温部と熱的に接触させる方式でもよい。

**【0029】**

また、加工中に発生する熱の吸収効率を上げるために、試料と冷却部（保温部）の接触効率を高める工夫をすることが好ましい。

**【0030】**

このような工夫は、例えば、試料を包みこむように構成可能で、且つ、加工時及び観察時にそれぞれ使用される装置の光学系を遮らない形状の試料ホルダーを作製したり、試料の形状を載置台に合わせた形状に加工した上で、最大の接触面積を保ちつつ保持させることで可能である。

**【0031】**

または、試料の非加工領域を被覆するような冷却部材をビーム系が遮らない部分のみ更に被覆するようにしてもよい。

**【0032】**

（試料の断面評価方法）

以下に、本発明に係る断面評価方法について述べる。なお、ここでいう試料の断面とは、評価したいの素子、材料の断面を示す。また、予め試料断面を試料の上面に設置すれば、素子や材料のある深さの表面方向の情報についても評価することが可能である。

**【0033】**

図3は、図1及び図2に示す断面加工装置を用いた試料の断面評価の一手順を示すフローチャート図である。以下、図3を参照して断面評価の手順を説明するとともに、その手順に沿った制御部9によるSIM観察のための制御及び温度制御部9aによる試料の温度制御についても具体的に説明する。

**【0034】**

まず、試料1を試料ステージ8の所定の位置（温度可変機構12）に固定し（ステップS10）、これを試料室3に導入した後、評価温度を設定する（ステップS11）。評価温度が設定されると、温度制御部9aにより温度可変機構12における温度が制御されて試料1の温度がその設定された評価温度に維持される。

**【0035】**

このときの試料1の温度は温度計11aにて検出されており、取扱者は、不図示の表示部に表示されたその検出温度から試料1が評価温度に保たれたかどうかを確認することができる。

**【0036】**

本実施形態においては、試料を室温より冷却した状態で加工を行うことが好ましい。また、0度以下の温度に冷却すると、試料中の水分がある場合は固化することができ、より好ましい。

**【0037】**

このような冷却工程は、まず試料を室温以下の所定の温度に冷却し、冷却した試料を減圧雰囲気下に保持し、試料の照射面付近から発生した熱を吸収しながら収束ビームを照射することにより、照射されない部分の形状を保持したまま加工するとよい。

**【0038】**

また、試料を冷却する際、室温状態から急速に冷却してもよい。この場合、冷却速度を40℃/min以上の速さで冷却することが好ましい。これにより、例えば温度によって分散性の変化する混合物に対しての断面形状を測定したい場合は、急冷された状態の断面を観察することができる。

**【0039】**

該冷却工程は、減圧工程の前に行われることが好ましい。これにより、減圧による試料の蒸発を抑えることが可能となる。しかし、試料が蒸発量の少ない物質で構成されている

場合、減圧と同時に冷却を行ってもよい。

【0040】

冷却する工程は、対象とする試料によって異なるが、PET等の一般的な有機物の場合は、0℃～-200℃、好ましくは-50℃～-100℃の温度範囲で冷却することが好ましい。

【0041】

また、低温冷却時に加工時間、冷却時間が長くなり過ぎると、試料室内の残留ガスや、加工時に発生する物質が低温の試料に吸着してしまい、所望の加工や観察が難しくなる場合がある。このため、残留ガスや、加工時に発生する物質を吸着するトラップ手段を設け、該トラップ手段を冷却しながら加工及び情報の取得を行うことが好ましい。

【0042】

本発明において、対象となる試料が有機物、特に蛋白質や他の生体物質等の熱に弱い物質や、水分を含む組成物等に好適に適用できる。特に、水分を含んだ組成物に対しては、水分を試料中に保持したまま加工することができ、好ましい。

【0043】

特に、集束イオンビームを照射する場合には、減圧雰囲気下で行われる。そのため、水分を含む組成物や、揮発性の高い有機分子等に加工を施す場合、加工中に発生する熱によって水分が蒸発してしまう場合があり、本発明の温度調整手段を設ける効果は大きい。

【0044】

より正確な加工及び構造評価を行うために、予め好適な加工時の保持温度を抽出する工程を備えることも好ましい。この場合、加工したい試料と等価な試料をリファレンスとして用いて、複数の設定温度において加工を行い、加工部のダメージと冷却温度の関連を調べた上で好ましい保持温度を決めるとよい。

【0045】

また、一般のFIB加工装置の場合、加工後にSEM装置等の他の装置に移動して、観察等の他の作業を行う場合が多いが、この場合、大気中に試料を出すため、一度試料温度を常温に戻した後、観察手段に移動しなければならなかった。本実施形態においては、該試料を冷却した状態で加工後、観察を行うことができ、冷却時の試料面への水滴等の付着による加工面の影響の心配がない好適な試料加工を提供できる。

【0046】

試料1が評価温度に保たれたことを確認後、試料1の温度を常に確認しながら、試料1の表面のSIM観察を行う（ステップS12）。このSIM観察では、制御部9によってイオンビーム発生部4によるイオンビームの照射及び試料ステージ8の移動が制御されることで、イオンビーム発生部4からのイオンビームで試料1が走査される。更に、この走査に同期して、検出器5にて2次電子（又は2次イオン：以下同様）が検出され、制御部9がその2次電子の検出信号に基づいてSIM像を不図示の表示部へ表示する。これにより、取扱者は、試料1の表面のSIM観察を行うことができる。このSIM観察は、観察用の弱いイオンビームを用いる。

【0047】

次いで、試料1の表面のSIM観察によって得られた像（上記の表示部へ表示されたSIM像）から断面評価位置を精度良く決定し（ステップS13）、その決定した断面評価位置を更に加工ビームでSIM観察する（ステップS14）。

【0048】

次いで、FIB加工条件を設定する（ステップS15）。このFIB加工条件設定では、ステップS14の表面SIM観察によって得られたSIM像上で切り出し領域及び切り出し位置を決定し、更に加速電圧、ビーム電流及びビーム径の断面加工条件を設定する。断面加工条件には、粗加工条件と仕上げ加工条件があり、この時点でそれぞれ設定される。粗加工条件は、ビームの径及びエネルギー量が仕上げ加工条件のそれより大きい。なお、切り出し領域及び切り出し位置の決定は、上記ステップS12で得られる観察ビームでのSIM像上で行うことも可能であるが、精度上の問題を考慮すると、実際に加工を行う

イオンビームのSIM像上で行うことがより好ましい。

【0049】

FIB加工条件が設定されると、まず、FIB加工（粗加工）を行う（ステップS16）。この粗加工では、制御部9によってイオンビーム発生部4が上記設定された粗加工条件で制御され、更に試料ステージ8の移動が制御されることで、ステップS15で決定された切り出し領域及び切り出し位置に、切断に必要な量のイオンビームが照射される。

【0050】

粗加工後、試料1の表面をSIM観察し、該SIM観察によって得られた像（SIM像）上で所望の位置近くまで加工されているかを確認する（ステップS17）。所望の位置近くまで加工されていなかった場合は、上記のステップS16及びS17を繰り返す。加工された断面の表面SIM像が極端に粗い場合も、上記のステップS16及びS17を繰り返すが、その際は、イオンビームの量を徐々に小さくする等の操作が加わる。ステップS17における表面SIM観察の制御は、上記のステップS12の場合と同様である。

【0051】

所望の位置近くまで粗加工されたことが確認されると、続いて、FIB加工（仕上げ加工）を行う（ステップS18）。この仕上げ加工では、制御部9によってイオンビーム発生部4が上記設定された仕上げ加工条件で制御され、更に試料ステージ8の移動が制御されることで、ステップS16で粗加工された部分に仕上げ加工に必要な量のイオンビームが照射される。この仕上げ加工により、例えば走査型電子顕微鏡を用いた高倍率での観察を行うことができる平滑な断面を作製することができる。

【0052】

次に、不図示のシャッターによってイオンビーム発生部4と検出器5を高真空に保ったまま試料室側と真空ラインを切り離れた後、試料室3をリークする（ステップS19）。このとき、リークに用いるガスは、評価試料材料や、評価温度によって適宜選択可能であるが、試料に水分等の付着を防ぐため、水分を取り除いたドライなガスを用いることが好ましい。例えば、窒素や不活性ガス等が用いられる。また、必要に応じて、設定温度のガスを用いることによって、試料の温度変化を最小限にすることも可能である。

【0053】

更に、試料室3内のカバー7を保温部2aごと試料1に被せ（ステップS20）、カバー内部の雰囲気ガスをガス導入部6で制御しながらカバー7を付けたまま試料1のある試料ステージを試料室から取り出す（ステップS21）。

【0054】

最後に、上記の様にして作製し、取り出した試料1を他の評価装置（例えばSEM）に移し、試料断面の評価を行う（ステップS22）。

【0055】

以上の様に、本形態の断面評価方法では、評価する試料1の温度を常に設定値に保つことができるため、FIB加工中に試料1の状態や形態が変化することがない。よって、正確な微細構造評価を行うことができる。

【0056】

以上説明した実施形態において、イオンビームによる試料の加工では、切削や研磨等の機械加工に見られるようなせん断応力、圧縮応力及び引張り応力は発生しないため、硬さや脆さの異なる材料が混合されている複合試料、空隙を持つ試料、基板上に形成した有機物の微細構造、溶媒に溶け易い試料等についてシャープな断面を作製することができる。

【0057】

また、試料温度を設定値に保つことが可能なため、温度によって状態や形態が変化する材料を含む試料であっても、層の構造破壊を起こさずに、所望の設定温度で、指定した位置を直接観察することができる。

【0058】

上述した各形態における断面評価方法は、ガラス等の各種基板上のポリマー構造、マイクロ粒子、液晶を含むポリマー構造、繊維状材料への粒子分散構造、温度転移材料を含む

試料の所望温度の解析に対して有効である。また、イオンビーム或いは電子ビームに対してダメージを受け易い試料に対しても有効であることは言うまでもない。

**【0059】****(実施形態2)**

本実施形態においては、図4に示すように実施形態1の構成に加え、試料室内の残留ガスや加工時に発生する物質の試料への再付着を防止するためのトラップ手段16を設けている。

**【0060】**

該トラップ手段は、熱伝導率の良い金属等によって構成され、試料の冷却中に試料の温度と同等あるいは試料の温度よりも更に低温で保持される。

**【0061】**

本実施形態は、室温以下に試料を保持した状態で加工及び観察を行う場合において、試料への不純物の付着の防止に効果がある。

**【0062】**

このようなトラップ手段は、試料の載置された載置台、イオンビーム発生手段、電子ビーム発生手段及び検出手段が配置された状態において、検出、及び加工の際のビーム系に懸からない位置に配置される。また、トラップ手段は、これら検出、加工を妨げない位置であれば、なるべく試料に近い位置に配置するのがトラップ効率を向上させるためには好ましい。更に、低い圧力に保たれた試料室内に1ヶ所以上配置することも可能である。

**【0063】****(実施形態3)**

本実施形態では、図5に示すように、試料室を試料加工を行う本体と切り離した構成の装置を示す。試料は、本体8内で加工された後、真空を保ったまま試料室3に移され、本体8と真空ラインを切り離した後、ガス導入部6から実施形態1と同様ドライガスを導入することができる。このことによって、ガス導入は、本体8に全く及ぶことがないだけでなく、試料室3を最小限の大きさにすることが可能な構成になる。従って、ガス導入部からのガス量を少なくすることが可能で、試料1の温度制御がし易くなる。

**【0064】****(実施形態4)**

本発明における装置を、液晶表示装置又は有機半導体の製造工程における断面評価装置として用いた例を示す。

**【0065】**

本実施形態では、比較的大面積である試料において、温度調整を行う場合について述べる。

**【0066】**

大画面液晶表示装置に使用される液晶が塗布されたガラス基板等の大型の試料の一部分において、断面の状態を正確に評価したい場合は、加工部付近の領域のみを局所的に温度調整することも可能であるが、基板全体を温度調整することも好ましい。この場合、該保温部の試料設置面と対向する位置に冷媒を流す冷媒流動管を設けて、ホルダー全体を冷却するとよい。

**【実施例】****【0067】**

ここでは、上述の各実施形態の断面評価装置を用いて実際に試料の断面評価を行った例を説明する。

**【0068】****(実施例1)**

本実施例では、図1に示した断面加工用集束イオンビーム装置を用いた。保温部2として、図2に示した温度コントローラ付き試料ステージに低温温度可変機構のついたユニットが組み込まれたものを用いて、ガラス基板上に液晶（チソ社製二周波駆動液晶：DF01XX）を含むポリマー構造体（重合モノマー：HEMA，R167，HDDAを液

晶と共に混合し重合したもの) が作製された試料の断面評価を以下の手順で行った。

【0069】

まず、試料を低温温度可変機構のついたユニット上にカーボンペーストで固定し、このユニットを試料ステージ8にセットした。この試料がセットされた試料ステージ8を試料室3に導入した後、試料室3内を所定の低圧力になるまで排気した。

【0070】

次に、設定温度を $-100^{\circ}\text{C}$ に設定し、試料がその評価温度に保たれたことを確認した。試料温度を常に確認しながら試料の断面観察位置を含んだ領域について表面SIM観察を行った。表面SIM観察によって得られた像から試料のほぼ中央部を断面観察位置として決定した。このときのイオンビームは、観察モードのごく弱い条件で行った。具体的には、ガリウムイオン源を用い、加速電圧 $30\text{ kV}$ 、ビーム電流 $20\text{ pA}$ 、ビーム径約 $30\text{ nm}$ とした。そして、取り込んだSIM像に対して断面加工位置を指定した。

【0071】

次に、指定した断面加工位置をFIB加工(粗加工)した。具体的には、加速電圧 $30\text{ kV}$ 、ビーム電流 $50\text{ nA}$ 、ビーム径約 $300\text{ nm}$ として断面加工位置に $40\text{ }\mu\text{m}$ 角で、深さ $30\text{ }\mu\text{m}$ の矩形状の凹部を形成した。この粗加工では、少しずつ段階的に弱い条件で加工するようにし、加工中は、時々、加工中の試料表面をSIM観察し、所望の位置近くまで加工されているかを確認した。ほぼ加工し終わったところで、ビームを観察用の弱いビームに切り替え、加工断面がビームに対して約 $60^{\circ}$ の角度で走査できるよう調整し、断面SIM観察を行った。

【0072】

所望の位置まで加工できていることを確認した後、更に、断面加工精度を上げるための仕上げ加工として、SIM観察の場合と同等の弱い条件で、粗加工のときよりも細いビームで粗加工した断面加工位置を更に加工した。図6(a)は、このFIB加工により作製された断面の模式図である。試料30のほぼ中央部に、イオンビーム20の照射により矩形状の凹部が形成されている。途中の断面SIM観察では、ステージを傾斜させ、観察用の弱いビームを図6(b)に示すような角度で照射することで確認した。

【0073】

次に、水分を十分取り除いたドライ窒素で試料室3の圧力をやや上昇させた後、カバー7から同様のドライ窒素をガス導入部6からわずかに導入しながら試料にカバー7をかぶせた後、試料1をFIB装置から取り出した。

【0074】

最後に、上記の様にして作製した試料を試料温度に保ったままSEMに導入し、断面のSEM観察を行った。

【0075】

このときのSEM観察の条件は、加速電圧 $800\text{ V}$ で、撮影倍率 $\sim 5$ 万倍までとした。このSEM観察により、ポリマー層の中に液晶が含まれている様子を観察することができた。

【0076】

以上のように、本実施例では、試料の温度を $-100^{\circ}\text{C}$ で維持しながらFIB加工を行ったため、加工中に液晶層がダレること無く、断面加工を行うことができた。また、そのままの温度を維持しながら、SEMに導入し、SEM観察ができたため、ポリマー中に液晶が存在している様子を断面観察することができた。

【0077】

(実施例2)

本実施例では、ペット基板上に作製されたポリマー粒子(ポリスチレン)の断面評価を以下の手順で行った。加工部は、試料の端部とし、評価は、SEM観察と元素分析とした。

【0078】

設定温度を約 $10^{\circ}\text{C}$ とし、試料の片側を約 $20\text{ }\mu\text{m}$ 程度の長さで $10\text{ }\mu\text{m}$ 程度切り込む

形で深さ 60  $\mu$ m 程度の加工を行った。FIB 加工前にチャージアップを防ぐため、試料表面に、イオンビームスパッタ法で膜厚 100 nm 程度の白金を蒸着した。他は、上記の実施例 1 と同様の条件で仕上げ加工まで行った。図 7 (a) は、この FIB 加工により作製された断面の模式図である。試料 31 の片側の側面部分に、イオンビーム 20 の照射により矩形状の凹部が形成されている。

【0079】

次に、実施例 1 と同様にカバーを取り付け、EDS 検出器のついた SEM に導入した。試料 31 を傾斜させ、SEM 観察したところ、ポリマー粒子は基板と密着していることがわかった。このときの条件は、加速電圧 15 kV、倍率～3 万倍程度までとした。

【0080】

次に、上記 SEM 観察中に試料 31 の断面から放出された特性 X 線を取り込みマッピング像を得たところ（元素分析）、ポリマー中にアルミニウムが分散していることがわかった。図 7 (b) は、その元素分析の際の電子ビームの照射及び特性 X 線の放出を示す模式図である。図 7 (a) に示した試料 31 の断面に対して電子ビーム 21 が垂直に照射されており、この照射に応じて試料 31 の断面から特性 X 線が放出される。この放出された特性 X 線を検出することで、元素分析を行った。

【0081】

尚、本実施形態では、試料の断面を評価する方法に関して説明してきたが、本発明はこれに限るものではない。例えば、表面の付着物質を取り除き、観察したい表面を露出させ、表面観察を行う構成も本願発明に含まれる。

【図面の簡単な説明】

【0082】

【図 1】 本発明の断面評価装置の第 1 の実施形態である、断面加工用集束イオンビーム加工装置の概略構成図である。

【図 2】 図 1 に示す保温部の一例である、温度コントローラ付き試料ステージの概略構成を示すブロック図である。

【図 3】 図 1 に示す断面加工用集束イオンビーム加工装置を用いた試料の断面評価の一手順を示すフローチャート図である。

【図 4】 本発明の断面評価装置の第 2 の実施形態である、断面加工用集束イオンビーム加工装置の概略構成図である。

【図 5】 本発明の断面評価装置の第 3 の実施形態である、加工面観察用走査型電子顕微鏡の概略構成図である。

【図 6】 (a) は FIB 加工により作製された断面の一例を示す模式図で、(b) は (a) に示す断面を SIM 観察する際の状態を示す模式図である。

【図 7】 (a) は FIB 加工により作製された断面の一例を示す模式図で、(b) は (a) に示す断面を元素分析する際の状態を示す模式図である。

【符号の説明】

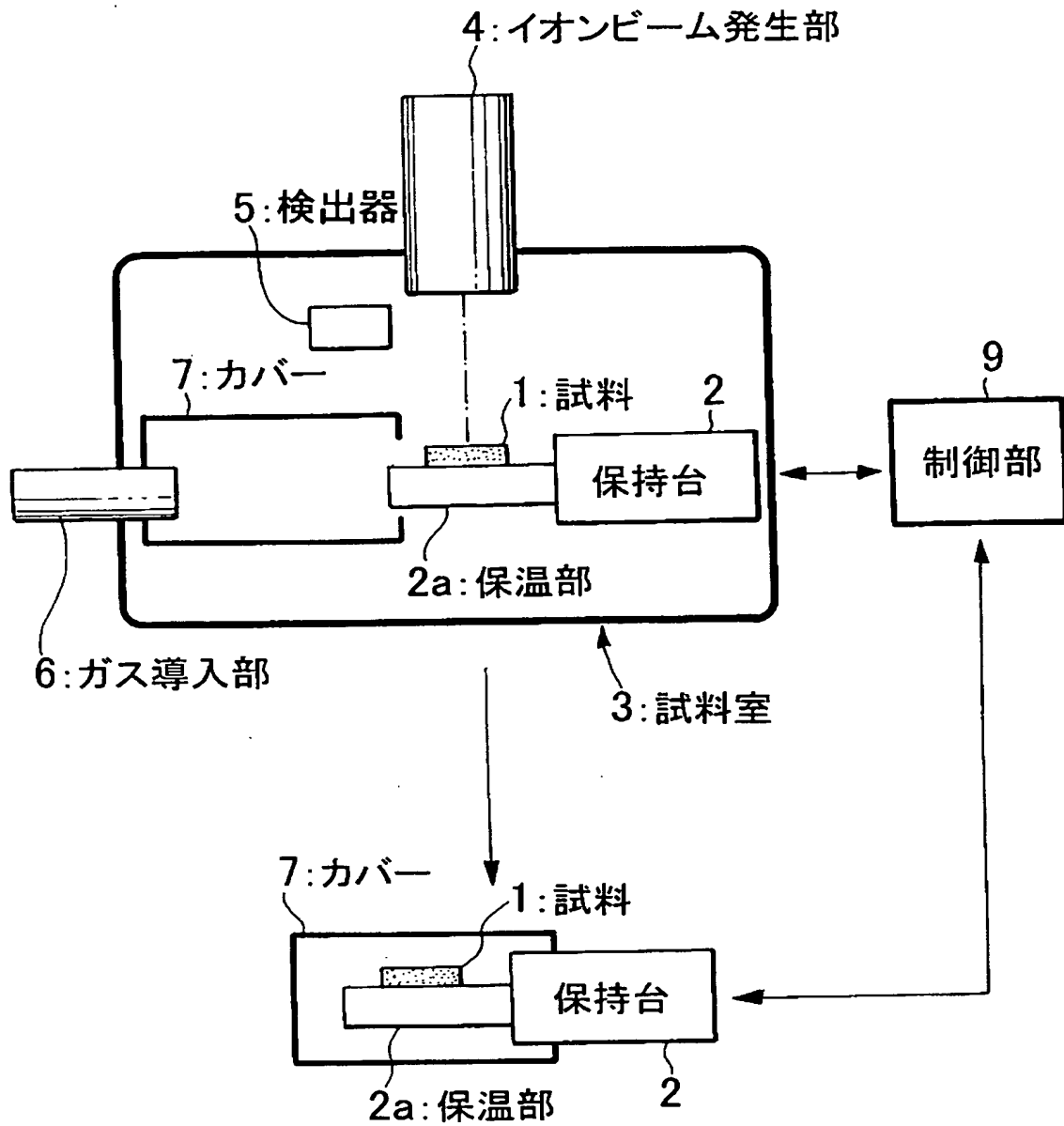
【0083】

- 1、30、31 試料
- 2 保持台
- 2a 保温部
- 3 試料室
- 4 イオンビーム発生部
- 5 検出器
- 6 ガス導入部
- 7 カバー
- 8 試料ステージ
- 9 制御部
- 9a 温度制御部
- 11a、11b 温度計

- 1 2 温度可変機構
- 1 6 トラップ手段
- 2 0、2 1 イオンビーム
- 2 2 電子ビーム
- 2 3 特性 X 線

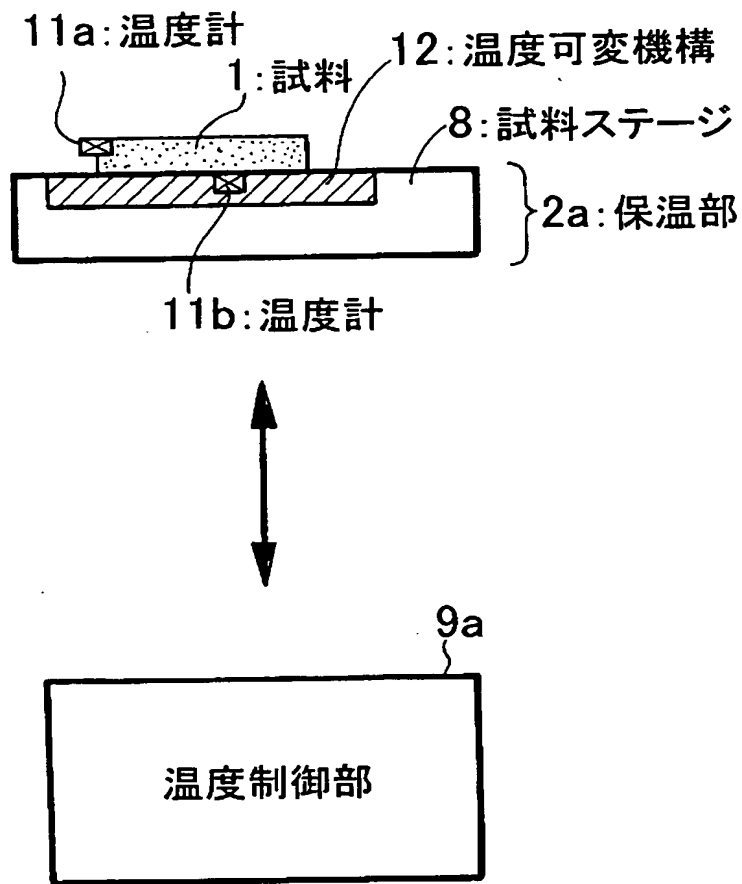
【書類名】 図面

【図 1】

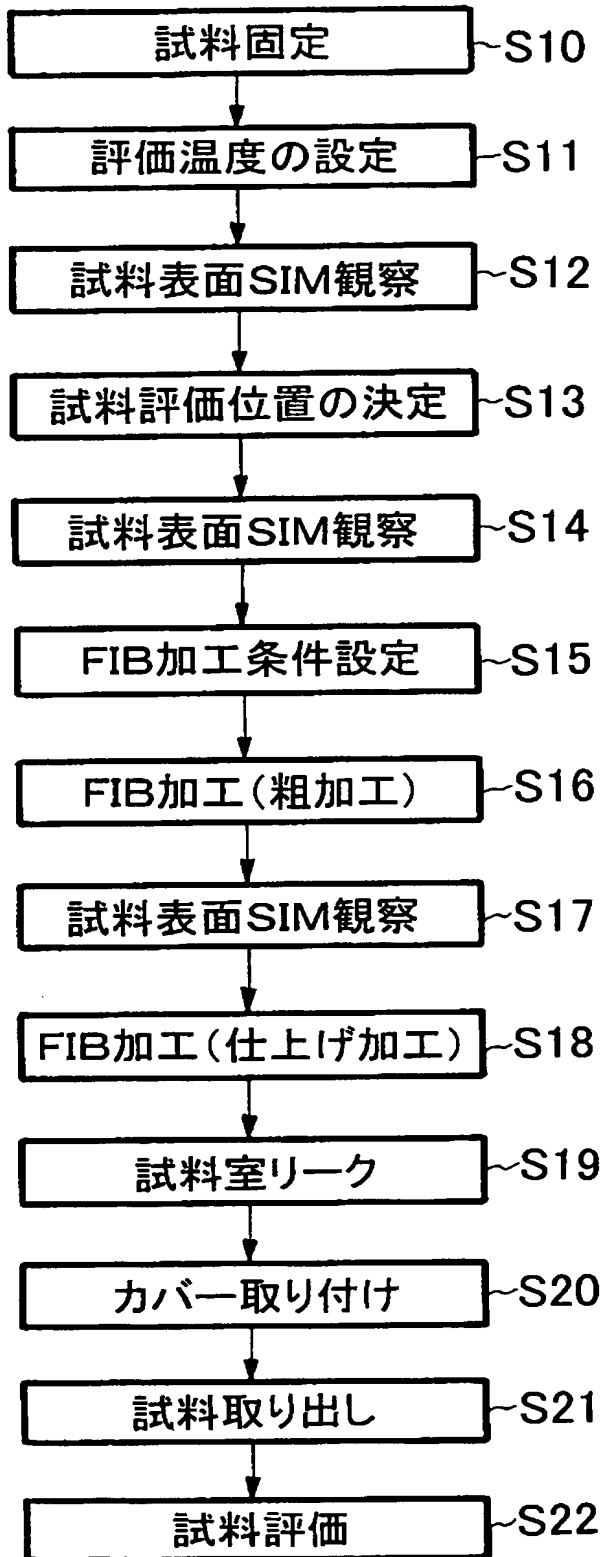




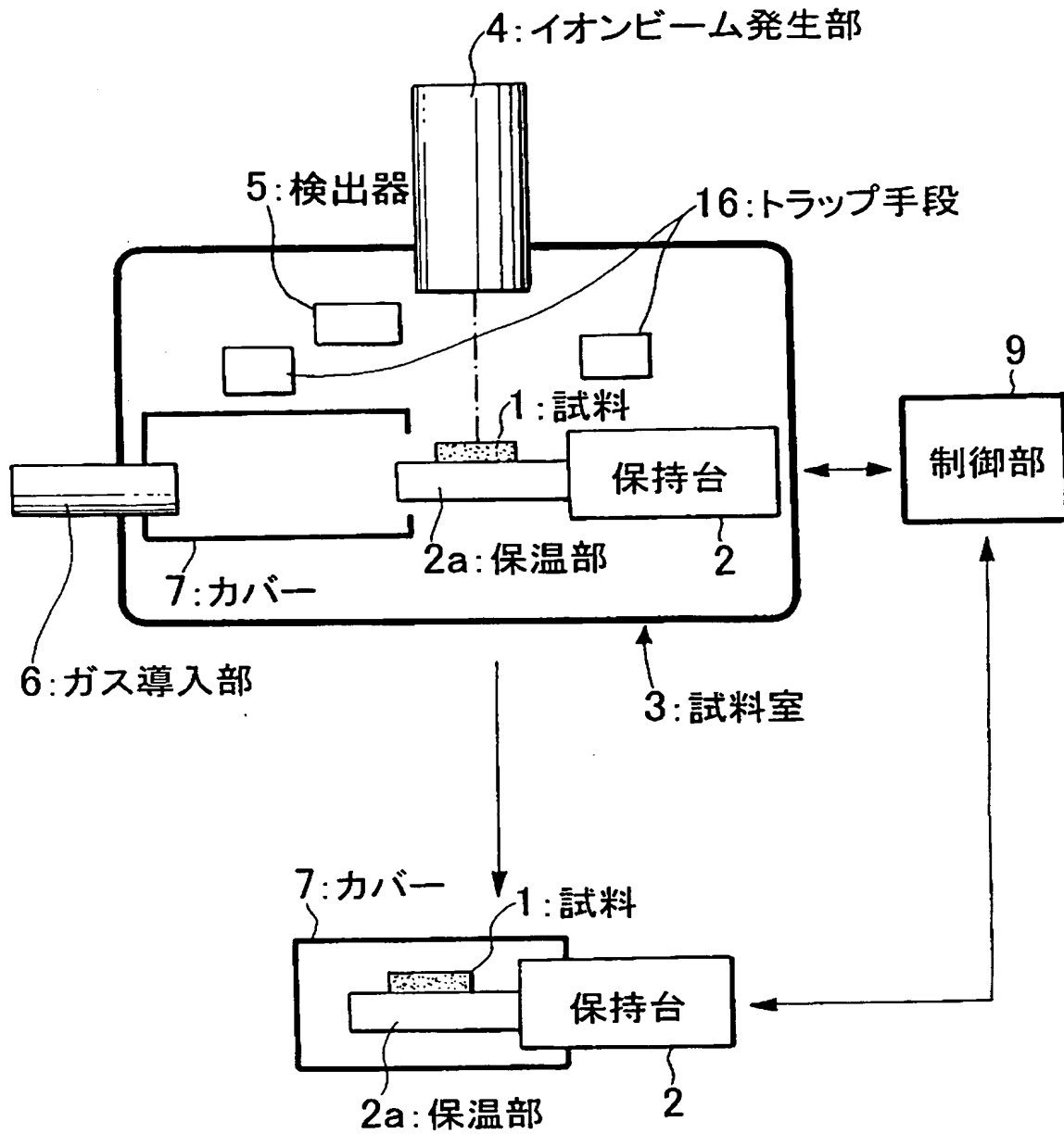
【図 2】



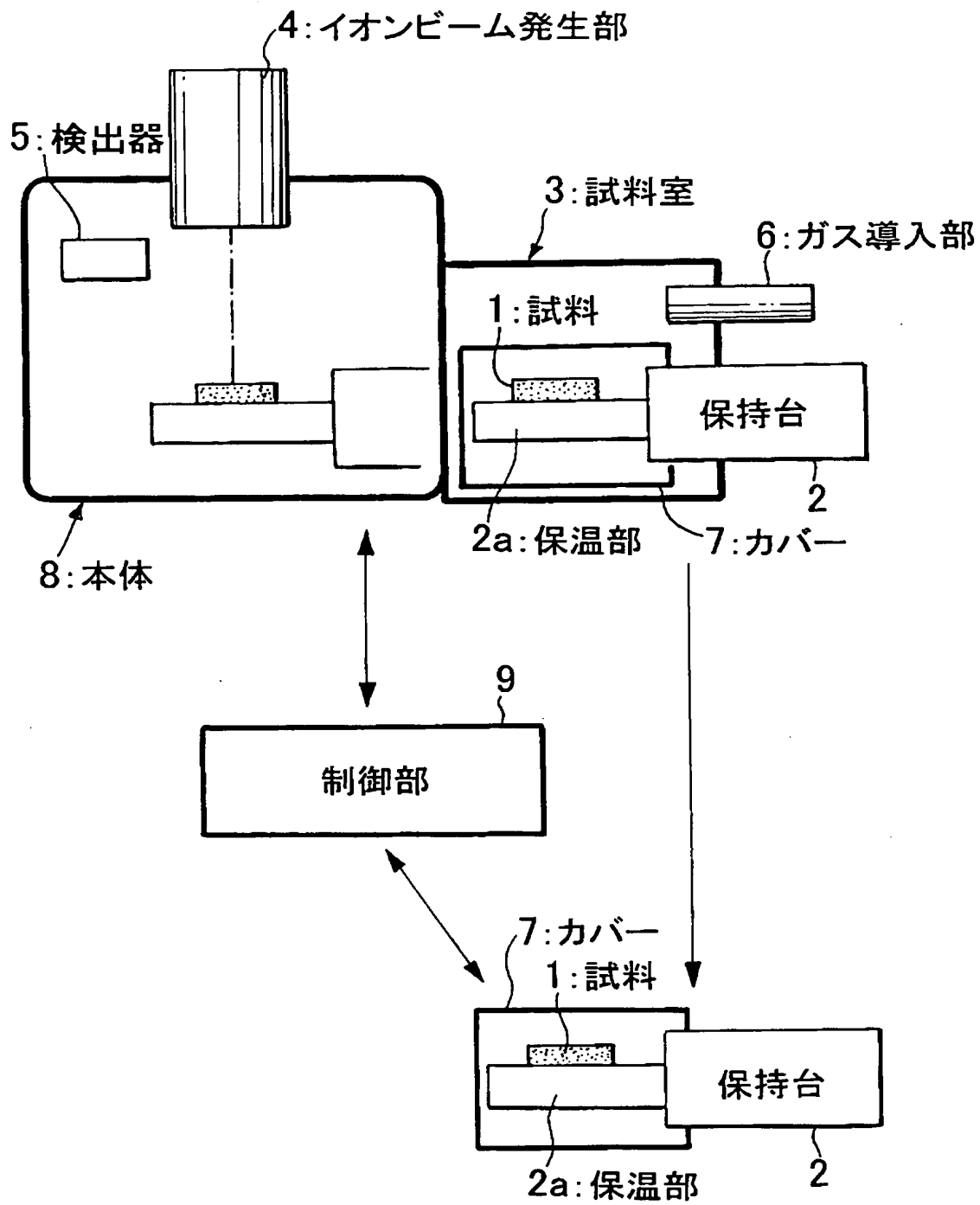
【図3】



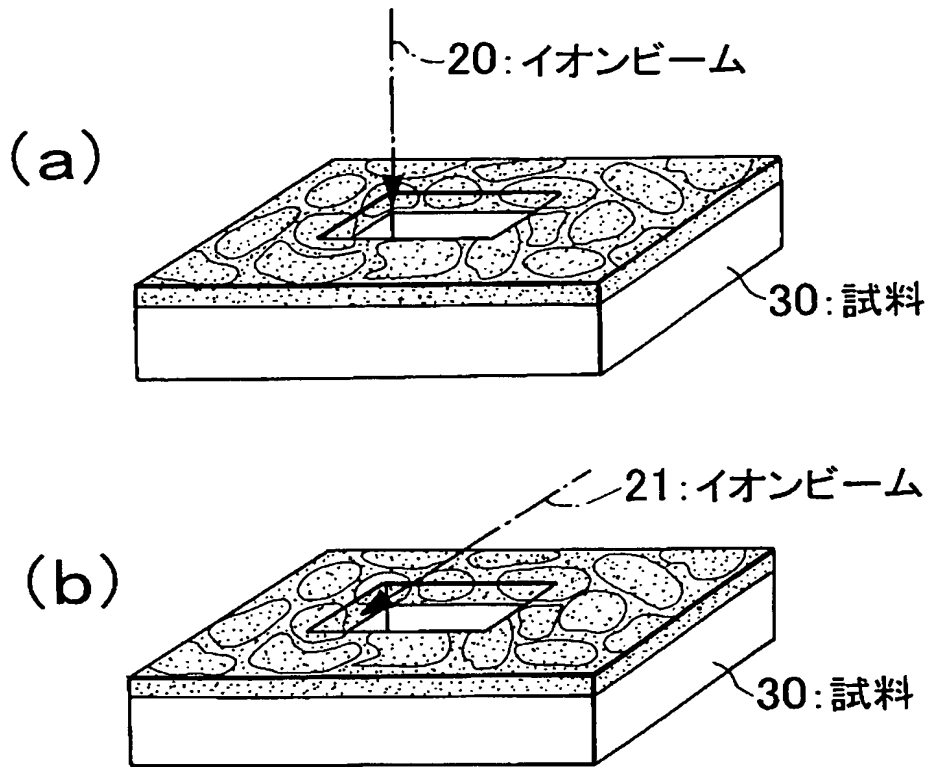
【図 4】



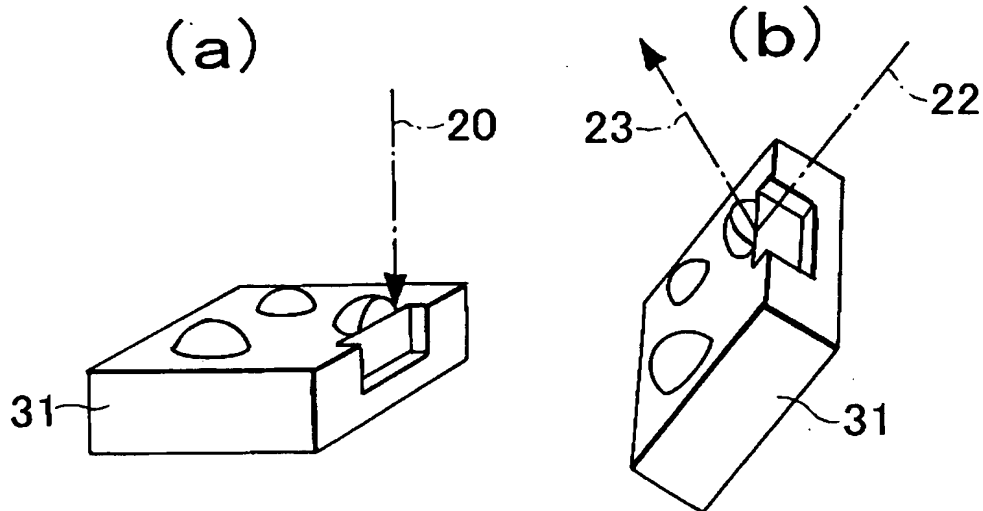
【図 5】



【図 6】



【図 7】



**【書類名】 要約書****【要約】**

**【課題】** 試料の温度を調整した状態で断面を加工することのでき、かつ該加工部の情報を正確に取得することのできる加工部評価装置及び断面評価方法を提供すること。

**【解決手段】** 試料の断面を加工するための装置であって、  
該試料を載置するための載置台と、  
該試料の温度を調整するための温度調整手段と、  
該試料に対してビームを照射して該試料の加工を行うためのビーム発生手段と、  
加工前に該載置台と該試料を搬送する前に該試料と該載置台を収納して密封するための密封手段と、  
を具備している断面加工装置、及び  
試料の温度を調整する第1の工程と、  
該試料にビームを照射して断面の切り出しを行う第2の工程と、  
該温度制御された試料を密封する第3の工程と、  
該密封された試料を他の装置へ搬送する第4の工程と、  
該搬送された試料を前記他の装置を用いて評価を行う第5の工程と、  
を有する断面評価方法。

**【選択図】** 図1

特願 2 0 0 3 - 3 8 9 3 5 8

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 0 0 0 0 0 1 0 0 7 ]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都大田区下丸子3丁目30番2号

氏 名

キャノン株式会社